

(19) 【発行国】 日本国特許庁 (JP)

(12) 【公報種別】 公開特許公報 (A)

(11) 【公開番号】 特開 2001-64824 (P2001-64824A)

(43) 【公開日】 平成 13 年 3 月 13 日 (2001. 3. 13)

(54) 【発明の名称】 ポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸糸およびその製造方法

(51) 【国際特許分類第 7 版】

D01F 6/62 306

D02J 1/08

1/22

【F I】 |

D01F 6/62 306 Q

D02J 1/08

1/22 K

【審査請求】 有

【請求項の数】 6

【出願形態】 OL

【全頁数】 7

(21) 【出願番号】 特願平 11-238239

(22) 【出願日】 平成 11 年 8 月 25 日 (1999. 8. 25)

(71) 【出願人】

【識別番号】 000003159

【氏名又は名称】 東レ株式会社

【住所又は居所】 東京都中央区日本橋室町 2 丁目 2 番 1 号

(72) 【発明者】

(19) [Publication Office] Japanese Patent Office (JP)

(12) [Kind of Document] Japan Unexamined Patent Publication (A)

(11) [Publication Number of Unexamined Application] Japan Unexamined Patent Publication 2001 - 64824(P2001 - 64824A)

(43) [Publication Date of Unexamined Application] Heisei 13 year March 13 days (2001.3.13)

(54) [Title of Invention] POLYPROPYLENE TEREPHTHALATE HIGHLY ORIENTED UNDRAWN FIBER AND ITS MANUFACTURING METHOD

(51) [International Patent Classification 7th Edition]

D01F 6/62 306

D02J 1/08

1/22

[FI]

D01F 6/62 306 Q

D02J 1/08

1/22 K

[Request for Examination] Examination requested

[Number of Claims] 6

[Form of Application] OL

[Number of Pages in Document] 7

(21) [Application Number] Japan Patent Application Hei 11 - 238239

(22) [Application Date] 1999 August 25 day (1999.8.25)

(71) [Applicant]

[Applicant Code] 000003159

[Name] TORAY INDUSTRIES INC. (DB 69-053-5422)

[Address] Tokyo Chuo-ku Nihonbashi Muro-machi 2-2-1

(72) [Inventor]

【氏名】菅 幸治

【住所又は居所】静岡県三島市4845番地 東レ株式会社
三島工場内

(72) 【発明者】

【氏名】望月 克彦

【住所又は居所】静岡県三島市4845番地 東レ株式会社
三島工場内

(72) 【発明者】

【氏名】前田 裕平

【住所又は居所】静岡県三島市4845番地 東レ株式会社
三島工場内

【テーマコード（参考）】4L0354L036

【Ｆターム（参考）】4L035 BB33 BB40 BB59 CC02 CC05
CC11 EE01 EE02 EE08 EE20 HH10 4L036 MA05 MA26 PA0

(57) 【要約】

【課題】ポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸系の2
工程法での問題点、すなわち紡糸後の繊維の経時変化を抑制
し生産にフレキシビリティを持たせ生産性を向上させるポリ
プロピレンテレフタレート高配向未延伸系およびその製造
方法を提供する。

【解決手段】繊維を構成するポリマー成分の少なくとも90
モル%がプロピレンテレフタレート単位で構成されたポリエ
ステル繊維であり、下記(1)～(4)式を満足することを
特徴とするポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸系。

(1) 強度ST (g/d) : $2.0 \leq ST$

(2) 複屈折 $\Delta n (10^{-3})$: $3.0 \leq \Delta n \leq 6.0$

(3) 伸度EL (%) : $80 \leq EL \leq 250$

[Name] Suga Koji

[Address] Inside of Shizuoka Prefecture Mishima City 4845 T
oray Industries Inc. (DB 69-053-5422) Mishima Works

(72) [Inventor]

[Name] Mochizuki Katsuhiko

[Address] Inside of Shizuoka Prefecture Mishima City 4845 T
oray Industries Inc. (DB 69-053-5422) Mishima Works

(72) [Inventor]

[Name] Maeda Yuhei

[Address] Inside of Shizuoka Prefecture Mishima City 4845 T
oray Industries Inc. (DB 69-053-5422) Mishima Works

[Theme Code (Reference)] 4L0354L036

(57) [Abstract]

[Problem] Control problem with 2-step method of polypropylene
terephthalate highly oriented undrawn fiber and, namely
change over time of the fiber after yarn-spinning give flexibility
in production productivity improving polypropylene
terephthalate highly oriented undrawn fiber and its
manufacturing method which can be offered.

[Means of Solution] It is a polyester fiber where polymer comp
onent which forms fiber 90 mole% is formed at least with
propylene terephthalate unit, polypropylene terephthalate
highly oriented undrawn fiber which designates that the below-
mentioned (1) to Formula (4) is satisfied as feature.

(1) Strength ST (g/d): $2.0 \leq ST$

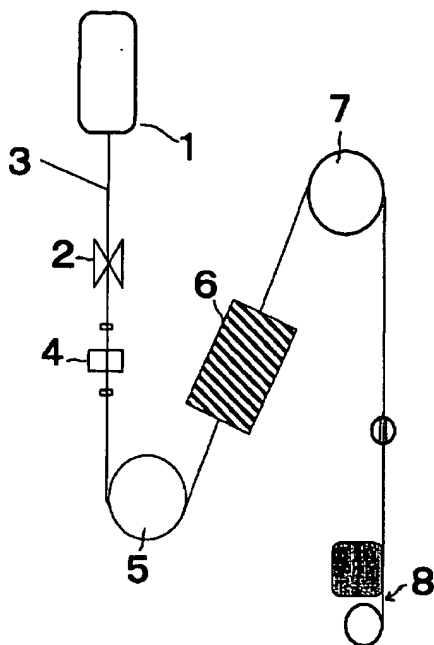
(2) Birefringence $n(10^{-3})$: $3.0 \leq n \leq 6.0$

(3) Elongation EL(%): $80 \leq EL \leq 250$

(4) 沸騰水収縮率 SW (%) : $3 \leq SW \leq 15$

(4) Boiling water shrinkage SW(%): 3 SW 15

図2



【特許請求の範囲】

【請求項 1】 繊維を構成するポリマー成分の少なくとも 90 モル%がプロピレンテレフタレート単位で構成されたポリエステル繊維であり下記 (1) ~ (4) 式を満足することを特徴とするポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸糸。

(1) 強度 ST (g/d) : $2.0 \leq ST$

(2) 複屈折 Δn (10^{-3}) : $30 \leq \Delta n \leq 60$

(3) 伸度 EL (%) : $80 \leq EL \leq 250$

(4) 沸騰水収縮率 SW (%) : $3 \leq SW \leq 15$

【請求項 2】 交絡処理が施され、交絡度 CF 値が 3 以上であることを特徴とする請求項 1 記載のポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸糸。

【請求項 3】 繊維を構成するポリマー成分の少なくとも 90 モル%がプロピレンテレフタレート単位で構成されたポリエステル高配向未延伸糸を製造するに際し、紡糸速度 2500 ~ 4500 m/分 で引き取りつつ熱処理を行い巻き取ること

[Claim(s)]

[Claim 1] It is a polyester fiber where polymer component which forms fiber 90 mole% is formed at least with propylene terephthalate unit and polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber which designates that the below-mentioned (1) to Formula (4) is satisfied as feature.

(1) Strength ST (g/d): $2.0 \leq ST$

(2) Birefringence $\Delta n(10^{-3})$: $30 \leq \Delta n \leq 60$

(3) Elongation EL(%): $80 \leq EL \leq 250$

(4) Boiling water shrinkage SW(%): $3 \leq SW \leq 15$

[Claim 2] Entanglement process is administered, polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber which is stated in Claim 1 which designates that degree of intermingle CF value is 3 or greater as feature.

[Claim 3] When polyester highly oriented undrawn fiber where polymer component which forms fiber 90 mole% is formed at least with propylene terephthalate unit is produced, while with spinning rate 2500 to 4500 m/min the takeup manufacturing

を特徴とするポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸系の製造方法。

【請求項４】熱処理が７０～１６０℃の乾熱処理であることを特徴とする請求項３記載のポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸系の製造方法。

【請求項５】熱処理が７０～１４０℃の湿熱処理であることを特徴とする請求項３記載のポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸系の製造方法。

【請求項６】高配向未延伸系を引き取る際に、紡糸冷却後で前記熱処理前に給油、および交絡処理を施すことを特徴とする請求項３～５のいずれかに記載のポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸系の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【０００１】

【発明の属する技術分野】本発明はポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸系およびその製造方法に関し、さらに詳しくは繊維物性安定性、工程通過性に優れたポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸系およびその製造方法に関する。

【０００２】

【従来の技術】ポリエステル繊維は、機械的特性をはじめとして様々の優れた特性を有しているため、衣料用途をはじめとして産業資材用途にも広く利用されている。

【０００３】従来、ポリエステル繊維を得るためには重合体を熔融紡糸し、次いで引伸ばす、いわゆる２工程法が一般的であった。このような、熔融紡糸しただけの繊維はその繊維の内部構造が発達しておらず、力学特性や寸法安定性に劣るため、別工程での引伸ばしによる構造の形成と固定を行なう必要があった。

【０００４】一方、ポリプロピレンテレフタレート繊維は、特開昭５２－５３２０号公報や特開昭５２－８１２４号公報などにみられるように古くから知られており、伸長弾性回復率が優れ、ヤング率が低く染色性が良好で、化学的にも安定しており、衣料用に好適な繊維である。

method of polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber which designates that it does thermal processing and retracts as feature.

[Claim 4] Manufacturing method of polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber which is stated in Claim 3 which designates that thermal processing is dry heat treatment of 70 to 160 °C as feature.

[Claim 5] Manufacturing method of polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber which is stated in Claim 3 which designates that thermal processing is moist heat treatment of 70 to 140 °C as feature.

[Claim 6] Occasion where highly oriented undrawn fiber is received, after yarn-spinning cooling the manufacturing method of polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber which is stated in any of Claim 3 to 5 which designates that oil feed, and entanglement process are administered to the aforementioned before heat treatment as feature.

[Description of the Invention]

[0001]

[Technological Field of Invention] This invention regards polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber and its manufacturing method, furthermore details regard the polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber and its manufacturing method which are superior in fiber property stability and process passing.

[0002]

[Prior Art] Polyester fiber because it has possessed various characteristic which are superior with mechanical property as beginning, is widely utilized even in the industrial material application with clothing application as beginning.

[0003] Until recently, in order to obtain polyester fiber, melt spinning it does the polymer, pulling extends next, so-called 2-step method was general. Because this kind of, as for sufficient fiber which melt spinning is done internal structure of fiber has not advanced, is inferior to dynamic property and dimensional stability, formation of structure with pulling extending with the separate step and it was necessary to lock.

[0004] On one hand, as for polypropylene terephthalate fiber, as seen in Japan Unexamined Patent Publication Showa 52 - 5320 disclosure and Japan Unexamined Patent Publication Showa 52 - 8124 disclosure etc, the for a long time it is known, elongation elastic recovery ratio is superior, Young's modulus to be low the dyeing behavior is satisfactory, we stabilize even in

【0005】しかしながら、原料の1, 3プロパンジオールが比較的高価であるため、これまで合成繊維としては使われていなかった。

【0006】近年になり米国特許第5, 304, 691号明細書などで開示されているように新規な1, 3プロパンジオールの合成法が見いだされ、安価なポリプロピレンテレフタレート繊維が可能となり価値が見直されてきた。

【0007】ところが、本発明者らの検討によるとポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸糸は従来のポリエチレンテレフタレートの2工程製造法をそのまま適用した場合、溶融紡糸し巻き取る段階から内部構造の変化が始まり、繊維物性が日を追って変化していくいわゆる経時変化が激しいことがわかった。

【0008】経時変化が激しいということは、紡糸から延伸までの日数によって後工程、たとえば延伸、仮撚工程などでの条件を変更しなければ安定した物性の繊維が得られないことを示している。

【0009】このため、生産を行う場合には、紡糸から延伸までの日数管理や保存状態の精密管理が必要であり、生産者への負担が大きいという問題があった。

【0010】また、この解決手段としては、特開昭52-8123号公報に示されるような紡糸、延伸工程を連続して行うDSDに代表される1工程法を用いる方法もあるが、該方法ではポリエチレンテレフタレートなどで知られているように、2工程法と比べると繊維のタフネスが低くなり、高性能を要求される用途には向いていないことや、延伸仮撚法等の供給原糸を得ることが出来ないという問題があった。

【0011】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、上記従来の問題点を解決しようとするものであり、ポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸糸の2工程法での問題点、すなわち紡糸後の繊維の経時変化を抑制し生産にフレキシビリティを持たせ生産性を向上させるポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸糸およびその製造方法を提供することを目的とするものである。

chemical, it is a preferred fiberin clothing.

[0005] But, because 1,3 propanediol of starting material is expensive relatively, as the synthetic fiber so far it was not used.

[0006] It was recent years and as disclosed with U. S. Patent No. 5,304,691 specification etc, synthetic method of the novel 1,3 propanediol was discovered, inexpensive polypropylene terephthalate fiber became possible and value was taken a second look.

[0007] However, according to examination of these inventors when 2 step production method of the conventional polyethylene terephthalate is applied that way, melt spinning it does polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber and change of internal structure starts from step which is retracted, so-called change over time where the fiber property chases day and changes being extreme you understood.

[0008] That if change over time is extreme it does not modify condition with the postprocessing, for example drawing and false twist step etc from yarn-spinning with days to the drawing fact that fiber of property which is stabilized is not acquired has been shown.

[0009] Because of this, when it produces, days management to drawing and precision management of stored state are necessary from yarn-spinning, there was a problem that burden to producer is large.

[0010] In addition, As this Means of Solution, As shown in Japan Unexamined Patent Publication Showa 52-8123 disclosure, is yarn-spinning, Continuing stretching process, there is also a method which uses one-step method which is represented in DSD which it does, but as with said method known with polyethylene terephthalate etc, when you compare with 2-step method, toughness of the fiber becomes low, is not faced to application which high performance is required, there was a problem that cannot acquire drawing false twist method or other supply raw fiber.

[0011]

[Problems to be Solved by the Invention] This invention is something which it tries to solve above-mentioned conventional problem, control problem with 2-step method of polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber and, namely the change over time of fiber after yarn-spinning give flexibility in production the productivity improving is something which designates that polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber and its manufacturing method which can be offered as object.

[0012]

【課題を解決するための手段】上記の目的を達成するため、本発明のポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸糸は、繊維を構成するポリマー成分の少なくとも90モル%がプロピレンテレフタレート単位で構成されたポリエステル繊維であり、下記(1)～(4)式を満足することを特徴とするものである。

[0013] (1) 強度ST (g/d) : $2.0 \leq ST$

(2) 複屈折 Δn (10⁻³) : $30 \leq \Delta n \leq 60$

(3) 伸度EL (%) : $80 \leq EL \leq 200$

(4) 沸騰水収縮率WS (%) : $3 \leq WS \leq 15$

また本発明のポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸糸の製造方法は、繊維を構成するポリマー成分の少なくとも90モル%がプロピレンテレフタレート単位で構成されたポリエステル高配向未延伸糸を製造するに際し、紡糸速度2500～4500m/分で引き取りつつ熱処理を行い巻き取ることを特徴とするものである。

[0014]

【発明の実施の形態】以下本発明について詳細に説明する。

【0015】本発明のポリプロピレンテレフタレートとは、テレフタル酸を主たる酸成分とし、1,3プロパンジオールを主たるグリコール成分として得られるポリエステルである。ただし、10モル%以下の割合で、他のエステル結合の形成可能な共重合成分を含むものであっても良い。共重合可能な化合物としては、例えばイソフタル酸、コハク酸、シクロヘキサジカルボン酸、アジピン酸、ダイマ酸、セバシン酸などのジカルボン酸類などを挙げることができ、一方、グリコール成分としては、例えばエチレングリコール、ジエチレングリコール、ブタンジオール、ネオペンチルグリコール、シクロヘキサジメタノール、ポリエチレングリコール、ポリプロピレングリコールなどを挙げることができるが、これらに限られるものではない。

【0016】また、艶消剤として二酸化チタン、滑剤としてのシリカやアルミナの微粒子、抗酸化剤としてヒンダードフェノール誘導体、着色顔料などを必要に応じて添加することができる。

【0017】本発明のポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸糸は下記(1)～(4)式を同時に満足することが重要である。

[0012]

[Means to Solve the Problems] In order to achieve above-mentioned object, polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber of this invention is polyester fiber where polymer component which forms fiber 90 mole% is formed at least with propylene terephthalate unit, is something which designates that the below-mentioned (1) to Formula (4) is satisfied as feature.

[0013] (1) Strength ST (g/d): $2.0 \leq ST$

(2) Birefringence $n(10^{-3})$: $30 \leq n \leq 60$

(3) Elongation EL(%):

(4) Boiling water shrinkage WS(%): $3 \leq WS \leq 15$

In addition it is something which designates that manufacturing method of the polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber of this invention when polyester highly oriented undrawn fiber where polymer component which forms the fiber 90 mole% is formed at least with propylene terephthalate unit is produced, while with spinning rate 2500 to 4500 m/min take up does thermal processing and retracts as feature.

[0014]

[Embodiment of Invention] You explain in detail concerning below this invention.

[0015] Polypropylene terephthalate of this invention, terephthalic acid is designated as main acid component, the 1,3 propanediol it is a polyester which is acquired as main glycol component. However, at ratio of 10 mole % or less, it is good being something which includes formable copolymer component of other ester bond. As copolymerizable compound, it can list for example isophthalic acid, succinic acid, cyclohexane dicarboxylic acid, adipic acid, the dimer acid and sebacic acid or other dicarboxylic acids, etc on one hand, as glycol component, for example ethyleneglycol, the diethylene glycol, butanediol, neopentyl glycol, cyclohexane dimethanol, polyethylene glycol and polypropylene glycol etc it can list, but it is not something which is limited to these.

[0016] In addition, hindered phenol derivative and coloring pigment etc according to need can be added the micro particle of silica or alumina as titanium dioxide and lubricant as whitener, as the antioxidant.

[0017] As for polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber of this invention it is important to satisfy the below-mentioned (1) to Formula (4) simultaneously.

【0018】(1) 強度 ST (g/d) : $2.0 \leq ST$

(2) 複屈折 Δn (10^{-3}) : $30 \leq \Delta n \leq 60$

(3) 伸度 EL (%) : $80 \leq EL \leq 200$

(4) 沸騰水収縮率 WS (%) : $3 \leq WS \leq 15$

まず、強度が 2.0 g/d を下回ると、延伸工程や仮燃工程などの工程通過性が悪くなり生産性が低下する。強度は 2.5 g/d 以上であることがより好ましい。また、複屈折 Δn が 30×10^{-3} を下回ると紡糸後の経時変化が大きく、また結晶性も低くなるため延伸時に毛羽、単糸巻付などのトラブルが発生しやすくなり、また 60×10^{-3} を越えると延伸しても複屈折の向上幅が小さく強度向上が望めない。複屈折 Δn は $40 \sim 50 \times 10^{-3}$ がより好ましい。

【0019】さらに、伸度が 80% を下回ると低倍率延伸となり、延伸工程や仮燃工程で糸ムラが発生しやすくなり、また 200% を越えると延伸時に毛羽、単糸巻付などのトラブルが発生しやすくなる。また、沸騰水収縮率が 3% を下回ると延伸工程などで熱がかかった場合に糸のたるみが発生しやすく工程通過性が悪くなり、また 15% を越えると経時変化の抑制効果が小さく繊維物性の悪化やムラが生じやすくなる。沸騰水収縮率は 5% ~ 10% がより好ましい。

【0020】本発明のポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸糸の製造方法は、繊維を構成するポリマー成分の少なくとも 90 モル% がプロピレンテレフタレート単位で構成されたポリエステル高配向未延伸糸を製造するに際し、紡糸速度 $2500 \sim 4500 \text{ m/min}$ で引き取りつつ熱処理を行い巻き取ることが重要である。

【0021】紡糸速度が 2500 m/min を下回ると複屈折 Δn が 30×10^{-3} 以下と低くなり、延伸時に毛羽、単糸巻付が発生しやすくなる。また 4500 m/min を越えるといわゆる延伸糸と構造が近くなり、延伸による構造安定化や強度の向上が望めず、延伸による毛羽、単糸巻付が発生しやすくなる。

【0022】また、引き取りつつ熱処理を行うことが重要であり、引き取りと熱処理の工程を連続して行うことにより、熱処理による繊維の構造安定化が達成され、さらには巻取後

[0018] (1) Strength ST (g/d): $2.0 \leq ST$

(2) Birefringence $n(10^{-3})$: $30 \leq n \leq 60$

(3) Elongation EL(%): $80 \leq EL \leq 200$

(4) Boiling water shrinkage WS(%): $3 \leq WS \leq 15$

First, when intensity is less than 2.0 g/d , stretching process and false twist step or other process passing become bad and productivity decreases. As for intensity it is more desirable to be a 2.5 g/d or greater. In addition, when birefringence n is less than 30×10^{-3} , change over time after the yarn-spinning becomes large, in addition because also crystallinity becomes slow, feather and single fiber winding attaching or other trouble easy to occur at time of drawing, in addition when it exceeds 60×10^{-3} , drawing, the improvement width of birefringence cannot desire strength increase small. birefringence n 40 to 50×10^{-3} is more desirable.

[0019] Furthermore, when elongation is less than 80%, it becomes the low multiple drawing, yarn variation becomes easy to occur with stretching process and false twist step, in addition when it exceeds 200%, feather and single fiber winding attaching or other trouble become easy to occur at time of drawing. In addition, when boiling water shrinkage is less than 3%, heat caught with such as stretching process slack of yarn to be easy to occur process passing becomes bad when, in addition when it exceeds 15%, suppression effect of the change over time deterioration and variation of fiber property becomes easy to occur small. boiling water shrinkage 5% to 10% is more desirable.

[0020] It is important manufacturing method of polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber of this invention when polyester highly oriented undrawn fiber where polymer component which forms fiber 90 mole% is formed at least with propylene terephthalate unit is produced, while with spinning rate 2500 to 4500 m/min take up to do the thermal processing and to retract.

[0021] When spinning rate is less than 2500 m/min , birefringence n 30×10^{-3} or less becomes slow, feather and single fiber winding attaching become easy to occur at the time of drawing. In addition when it exceeds 4500 m/min , so-called drawn fiber and structure become close, cannot desire structure stabilization and improvement of the strength with drawing, feather and single fiber winding attaching with drawing become easy to occur.

[0022] In addition, while take up it is important, to do heat treatment, the step of take up and heat treatment is continued and construction stabilization of fiber with heat treatment by doing,

の経時変化が抑制され、巻取系の経時変化での繊維収縮に起因する繊維の端面周期ムラや内外層差を回避することが出来る。

【0023】上記熱処理は乾熱、湿熱処理のいずれも採用できるが、乾熱処理の場合は温度70～160℃、湿熱処理の場合は温度70～140℃であることが好ましく、さらに好ましくは、乾熱処理の場合は温度100～135℃、湿熱処理の場合は温度100～130℃である。

【0024】本発明では、油剤付与後で上記熱処理前の高配向未延伸糸に高速気流による交絡処理を施すことが好ましい。交絡付与ノズルを用い、処理圧空圧0.05～0.4MPaであることがより好ましい。高速気流による交絡処理を施すことにより、均一熱処理が容易となるため熱処理時間を短縮することができる。本処理は得られた高配向未延伸糸の交絡度であるCF値が3以上、より好ましくは5～15となる程度に行うことが好ましい。

【0025】また、低張力巻取を行うための従来の方法、例えば、第2ゴデーロールの後にテンションカットロールを用いて巻き取ることや、巻取機のローラベール駆動巻取など従来の巻取方法と併用することによりパッケージ形状をさらに安定することが出来る。

【0026】本発明のポリプロピレンテレフタレートの極限粘度は0.5以上1.2以下であることが好ましい。0.5未満では紡糸時に繊度ムラや糸切れが多発するなどして安定して紡糸することが困難となったり、得られたとしても引張強度や耐屈曲摩耗性など実用面で劣る場合がある。また極限粘度が1.2を越えると熔融粘度が高くなりすぎるためギアポンプ等の計量性に劣り、吐出不良により安定して紡糸することが困難となったり、得られる繊維の風合いが硬いものとなる傾向があり好ましくない場合がある。より好ましくはPPTの極限粘度は0.8以上1.0以下である。

【0027】本発明の繊維の単糸断面形状は特に限定されるものではなく、円形、三角形、扁平、3～8の多葉形、中空など用途目的に合わせて適宜選択すれば良い。

is achieved, furthermore the change over time after winding is controlled, endface periodic unevenness of fiber which originates in fiber shrinkage with change over time of winding yarn and it is possible to evade inside and outside layers difference.

[0023] In each case of dry heat and moist heat treatment you can adopt the above-mentioned thermal processing, but in case of dry heat treatment in case of temperature 70 to 160 °C and moist heat treatment it is desirable to be a temperature 70 to 140 °C, when furthermore it is preferably a dry heat treatment, when it is a temperature 100 to 135 °C and a moist heat treatment, it is a temperature 100 to 130 °C.

[0024] With this invention, it is desirable to administer entanglement process after the finish application due to high speed stream in highly oriented undrawn fiber of above-mentioned before heat treatment. Making use of imparting entanglement nozzle, it is more desirable to be a processing pressure pneumatic 0.05 to 0.4 MPa. Because uniform heat treatment becomes easy, by administering entanglement process due to the high speed stream, heat treatment time can be shortened. As for this treatment it is desirable to do in extent where the CF value which is a degree of intermingle of highly oriented undrawn fiber which is acquired becomes the 3 or greater and more preferably 5 to 15.

[0025] In addition, conventional method in order to do low tension winding. It retracts after for example 2nd godet roll making use of tension cut roll, it is possible furthermore to stabilize package geometry by such as pressure roller drive winding of the winder with conventional winding method jointly using.

[0026] As for intrinsic viscosity of polypropylene terephthalate of this invention it is desirable to be 0.5 or greater 1.2 or less. Under 0.5 fineness unevenness and yarn break occur frequently at time of yarn-spinning such as doing, stabilizing, assuming, that yarn-spinning it became difficult, acquired to do, there are in practical aspect times when such as tenacity and resistance bending wear property it is inferior. In addition when intrinsic viscosity exceeds 1.2, because melt viscosity becomes too high, being inferior to gear pump or other metering behavior, stabilizing with the poor discharge, yarn-spinning it becomes difficult, to do, is a tendency which becomes something where texture of fiber which is acquired is hard are times when it is not desirable. intrinsic viscosity of more preferably PPT is 0.8 or more 1.0 or below.

[0027] Single fiber cross section shape of fiber of this invention it is not something which is specially limited and if multilobal shape of round, triangle, the flat and 3 to 8, hollow in combination with to application objective, it selects appropriately, it is good.

[0028]

【実施例】以下実施例により本発明をより詳細に説明する。
なお実施例中の各特性値は次の方法で求めた。

A. 極限粘度 $[\eta]$

オルソクロロフェノール 10 ml に対し試料 0.10 g を溶解し、温度 25℃においてオストワルド粘度計を用いて測定した。

B. 強伸度

強伸度、ヤング率、は JIS L 1013 に準じオリエンテック社製テンシロン UCT-100 を用いて測定した。

C. 複屈折率 Δn

複屈折率 Δn は OLYMPUS 社製 BH-2 偏光顕微鏡を用いレターデーション Γ と光路長 d より複屈折率 $\Delta n = \Gamma / d$ を求めた。なお、 d は繊維中心での Γ と繊維径より求めた。

D. 沸騰水収縮率

枠周 0.5m の検尺機を用い、デニール当たり 1/30g の初荷重をかけ 60 回/分の速度で巻き返し、巻き数 10 回の小カセをつくり、初荷重の 20 倍の荷重をかけてカセ長をはかる。次に荷重をはずし、試料を 100℃の熱水中に 15 分間浸漬した後取り出し、自然乾燥し再び初荷重の 20 倍の荷重をかけてカセ長をはかり次の式により熱水収縮率を算出した。

[0029]

$$\text{熱水収縮率 (\%)} = [(L_0 - L_1) / L_0] \times 100$$

ここに、 L_0 : 浸漬前の長さ (mm)

L_1 : 風乾後の長さ (mm)

E. 交絡度 CF 値

JIS L 1013 (化学繊維フィラメント糸試験方法) 7.13 の交絡度 に示される条件で測定した。試験回数は 50 回とし、交絡長の平均値 L (mm) から下式より CF 値 (Coherence Factor) を求めた。

[0028]

[Working Example(s)] This invention is explained in detail with below Working Example. Furthermore it sought each characteristic value in Working Example with the following method.

A. intrinsic viscosity $[\eta]$

It melted sample 0.10g vis-a-vis ortho-chlorophenol 10 ml, it measured making use of the Ostwald viscometer in temperature 25℃.

B. tenacity

Tenacity and Young's modulus, it measured making use of Orientech Corporation (DB 69-607-3550) supplied Tensilon UCT-100 according to JIS L1013.

C. birefringence ratio n

Birefringence ratio n sought birefringence ratio $n = \Gamma / d$ from retardation Γ and light path length d making use of the Olympus Optical Co. Ltd. (DB 69-053-6248) supplied BH-2 polarizing microscope. Furthermore, it sought d from Γ and the fiber diameter with fiber center.

D. boiling water shrinkage

Making use of wrap reel of frame periphery 0.5m, per denier you apply initial tension of the 1/30g and rewind with speed of 60 times per minute, make small skein of winding several 10 times, apply load of 20 times of initial tension and measure skein length. load was removed next, sample 15 min after soaking, the removal and natural drying was done in hot water of 100℃ and again the load of 20 times of initial tension was applied and skein length was measured and hot water shrinkage was calculated with next formula.

[0029]

$$\text{Hot water shrinkage (\%)} = [(L_0 - L_1) / L_0] \times 100$$

Here, L_0 : Length (mm) before soaking

L_1 : Length (mm) after air dry

E. degree of intermingle CF value

It measured with condition which is shown in degree of intermingle of JIS L 1013 (chemical fiber filament yarn test method) 7.13. number of tests made 50 times, from mean value L (mm) of entanglement length sought the CF value (Coherence Factor) from formula below.

【0030】CF値=1000/L

【実施例1】ジメチルテレフタル酸19.4kg、1,3-プロパンジオール15.2kgおよびテトラブチルチタネートを触媒として用い、140℃～230℃でメタノールを溜出しつつエステル交換反応を行った後、さらに、250℃温度一定の条件下で3時間重合を行い極限粘度 $[\eta]$ が0.89のポリプロピレンテレフタレートを得た。

【0031】このポリマを用い図2のように紡糸機の第1ゴデーロール5と第2ゴデーロール7の間にスチーム熱処理機6が設置された紡糸機により紡糸温度260℃で吐出孔径が0.3mmφ×36孔の口金を用いて、吐出量35.0g/分で吐出し3000m/分の紡糸速度で引き取りつつスチーム熱処理機6により110℃の湿熱処理を行い高配向未延伸糸を巻き取った。給油装置2による油剤は有効成分10%の水エマルジョンとし、付着量は糸重量を基準として0.8%とし、さらに圧空圧0.15MPaで交絡処理ノズル4により高速気流による交絡処理を施した。この糸の物性を表1、遅延収縮率を図1に示す。表1において、紡糸直後の値は巻き取り後、12時間以内に測定した値である。この高配向未延伸糸は、巻き形状も安定しており物性の経時変化が少なかった。

【実施例2】実施例1と同様にして得られた極限粘度 $[\eta]$ が0.89のポリプロピレンテレフタレートを図3の紡糸機を用い紡糸温度260℃で吐出孔径が0.3mmφ×36孔の口金を用いて、吐出量35.0g/分で吐出し、3000m/分の紡糸速度で引き取りつつ110℃に加熱された第2ゴデーロール15で乾熱処理を行い高配向未延伸糸を巻き取った。実施例1と同様に給油装置10による油剤付与および交絡ノズル12により高速気流による交絡処理を施した。この糸の物性を表1、遅延収縮率を図1に示す。この高配向未延伸糸は、実施例1と同様に巻き形状も安定しており物性の経時変化が少なかった。

【実施例3】高速気流による交絡処理を施さなかったこと以外は実施例2と同様にして高配向未延伸糸を巻き取った。この糸の物性を表1に示す。

【比較例1】実施例1と同様にして得られた極限粘度 $[\eta]$

【0030】CF value =1000/L

[Working Example 1] While using dimethyl terephthalic acid 19.4 kg, 1,3 - propanediol 15.2 kg and tetrabutyl titanate distilling methanol with 140 °C to 230 °C as catalyst, after doing transesterification, furthermore, you polymerized 3 hours under 250 °C temperature fixed condition and intrinsic viscosity $[\eta]$ acquired the polypropylene terephthalate of 0.89.

[0031] Making use of this polymer like Figure 2 with spinning machine where steam heat treater 6 is installed in 1st godet roll 5 of spinning machine and between 2nd godet roll 7 with the spinning temperature 260 °C aperture diameter it discharged with extrusion amount 35.0 g/minute making use of spinneret of 0.3 mm diameter X 36 hole, while with spinning rate of 3000 m/min take up it did the moist heat treatment of 110 °C with steam heat treater 6 and retracted highly oriented undrawn fiber. finish due to lubricating equipment 2 made aqueous emulsion of active ingredient 10 %, deposited amount made furthermore with pressure 0.15 MPa 0.8 % with yarn weight as reference, the entanglement process due to high speed stream with entanglement process nozzle 4 administered. property of this yarn Table 1 and extension and contraction ratio are shown in the Figure 1. In Table 1, value immediately after yarn-spinning is value which was measured after windup and within 12 hours. It wound this highly oriented undrawn fiber, and also shape stabilized and change over time of the property was little.

[Working Example 2] Intrinsic viscosity $[\eta]$ which it acquires in same way as Working Example 1 polypropylene terephthalate of the 0.89 making use of spinning machine of Figure 3 did dry heat treatment with the 2nd godet roll 15 which with spinning temperature 260 °C aperture diameter discharges with extrusion amount 35.0 g/minute making use of spinneret of 0.3 mm diameter X 36 hole, while with spinning rate of 3000 m/min the take up is heated to 110 °C and retracted highly oriented undrawn fiber. entanglement process due to high speed stream with finish application and entanglement nozzle 12 due to the lubricating equipment 10 in same way as Working Example 1 was administered. property of this yarn Table 1 and extension and contraction ratio are shown in the Figure 1. It wound this highly oriented undrawn fiber, in same way as Working Example 1 and also shape stabilized and change over time of property was little.

[Working Example 3] Other than thing which does not administer entanglement process due to the high speed stream highly oriented undrawn fiber was retracted with as similar to Working Example 2. property of this yarn is shown in Table 1.

【Comparative Example 1】With spinning temperature 260 °C

が0.89のポリプロピレンテレフタレートを図4の通常の紡糸機を用い紡糸温度260℃で吐出孔径が0.3mmφ×36孔の口金を用いて、吐出量35.0g/分で吐出し、3000m/分の紡糸速度で高配向未延伸糸を巻き取った。実施例1と同様に給油装置18による油剤付与および交絡ノズル20により高速気流による交絡処理を施した。この糸の物性を表1、遅延収縮率を図1に示す。この高配向未延伸糸は、巻き取り後数時間で耳立ちなど形状が不安定になり、物性の経時変化も大きかった。

aperture diameter it discharged with extrusion amount 35.0 g/minute making use of the spinneret of 0.3 mm diameter X 36 hole, intrinsic viscosity [] which it acquires in same way as Working Example 1 polypropylene terephthalate of 0.89 making use of conventional spinning machine of the Figure 4 retracted highly oriented undrawn fiber with spinning rate of 3000 m/min. entanglement process due to high speed stream with finish application and entanglement nozzle 20 due to the lubricating equipment 18 in same way as Working Example 1 was administered. property of this yarn Table 1 and extension and contraction ratio are shown in the Figure 1. As for this highly oriented undrawn fiber, with several hours after windup shape such as earstanding became unstable, also change over time of property was large.

[0032]

[0032]

[表1]

[Table 1]

表1

		実施例1	実施例2	実施例3	比較例1
紡糸直後	繊度 (D)	115	114	114	114
	強度 (g/d)	2.6	2.6	2.7	2.6
	伸度 (%)	110	110	115	118
	複屈折 ($\times 10^{-3}$)	45	43	43	50
	沸収 (%)	4	7	7	42
	U%N (%)	0.8	0.8	1.0	0.8
	CF値	6.5	6.9	0	5.8
1週間後	繊度 (D)	115	114	114	114
	強度 (g/d)	2.6	2.6	2.7	2.6
	伸度 (%)	111	108	116	126
	複屈折 ($\times 10^{-3}$)	45	43	44	52
	沸収 (%)	4	7	7	20
	U%N (%)	0.8	0.8	1.0	1.5
	CF値	6.3	6.8	0	6.0

[0033]

[0033]

【発明の効果】本発明により、ポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸糸の2工程法での問題点、すなわち紡糸後の繊維の経時変化を抑制し生産にフレキシビリティを持たせ生産性を向上させるポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸糸およびその製造方法を提供することが可能となる。

[Effects of the Invention] With this invention, control problem with 2-step method of polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber and, namely change over time of fiber after yarn-spinning give flexibility in production productivity improving it becomes possible to offer polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber and its manufacturing method which can.

[図面の簡単な説明]

[Brief Explanation of the Drawing(s)]

【図 1】ポリプロピレンテレフタレート高配向未延伸系の遅延収縮量を示す図である。

[Figure 1] It is a figure which shows extension and contraction quantity of polypropylene terephthalate highly oriented undrawn fiber.

【図 2】第 1、第 2 ゴデーロール間にスチーム加熱装置を設置した紡糸装置の 1 例を示す工程図である。

[Figure 2] It is a process diagram which shows 1 example of spinning equipment which installs steam heating equipment between 1st and 2nd godet roll.

【図 3】第 2 ゴデーロールにホットロールが組み込まれた紡糸装置の 1 例を示す工程図である。

[Figure 3] It is a process diagram which shows 1 example of spinning equipment where the hot roll is installed in 2nd godet roll.

【図 4】従来の高配向未延伸系を得るための紡糸装置の 1 例を示す工程図である。

[Figure 4] It is a process diagram which shows 1 example of spinning equipment in order to obtain conventional highly oriented undrawn fiber.

【符号の説明】

[Explanation of Reference Signs in Drawings]

1、9、17：紡糸ブロック

1 and 9, 17: Yarn-spinning block

2、10、18：給油装置

2, 10, 18: Lubricating equipment

3、11、19：未延伸系

3 and 11, 19: Unstretched fiber

4、12、20：交絡ノズル

4 and 12, 20: Entanglement nozzle

5、13、21：第 1 ゴデーロール

5, 13, 21: 1st godet roll

6：スチーム熱処理機

6: Steam heat treater

7、22：第 2 ゴデーロール

7 and 22: 2nd godet roll

8、14、23：巻取機

8 and 14, 23: Winder

15：第 2 ゴデーロール（ホットロール）

15: 2nd godet roll (hot roll)

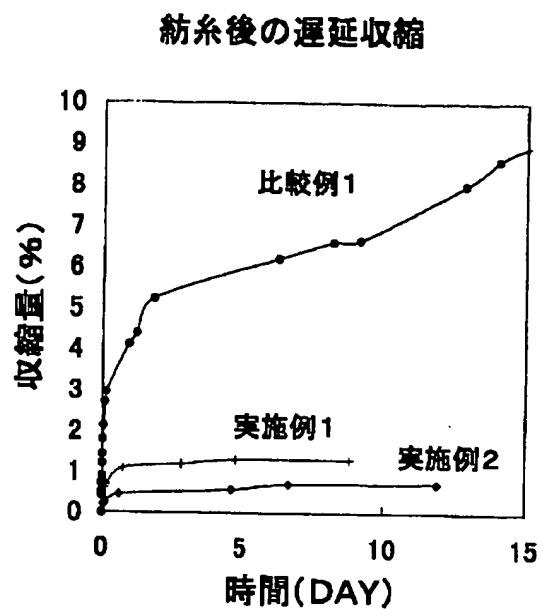
16：セパレートロール

16: Separate roll

【図1】

[Figure 1]

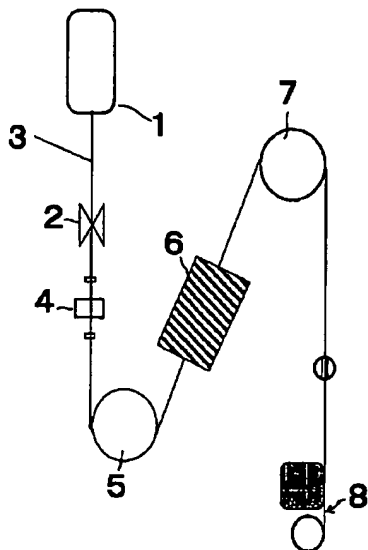
図1



【図2】

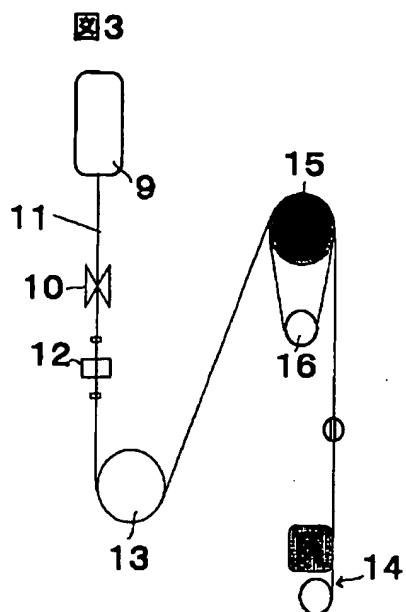
[Figure 2]

図2



【図3】

[Figure 3]



【図4】

[Figure 4]

